

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
27. Mai 2004 (27.05.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
WO 2004/043880 A3

(51) Internationale Patentklassifikation<sup>7</sup>: C07H 7/027

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2003/012458

(22) Internationales Anmeldedatum:  
7. November 2003 (07.11.2003)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:  
102 52 659.1 11. November 2002 (11.11.2002) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme  
von US): BASF AKTIENGESSELLSCHAFT [DE/DE];  
67056 Ludwigshafen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): DOMSCHKE,  
Thomas [DE/DE]; Franz-Stützel-Str.46, 67346 Speyer  
(DE). MERGER, Martin [DE/DE]; Schiesshausstr.  
28, 67061 Ludwigshafen (DE). GROBMANN, Georg  
[DE/DE]; Gudrunweg 8, 68199 Mannheim (DE). FAUST,  
Tillmann [DE/DE]; Parkweg 4, 67256 Weisenheim (DE).

(74) Gemeinsamer Vertreter: BASF AKTIENGE-  
SELLSCHAFT; 67056 LUDWIGSHAFEN (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT,  
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR,  
CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD,  
GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR,  
KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN,  
MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU,  
SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,  
UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) Bestimmungsstaaten (regional): ARIPO Patent (BW, GH,  
GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW),  
eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ,  
TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE,  
DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL,  
PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG,  
CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht  
— vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden  
Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen  
eintreffen

(88) Veröffentlichungsdatum des internationalen  
Recherchenberichts: 29. Juli 2004

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Ab-  
kürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Co-  
des and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der  
PCT-Gazette verwiesen.

(54) Title: METHOD FOR THE PRODUCTION OF 2-KETO-L-GULONIC ACID-C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub> ALKYL ESTERS

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON 2-KETO-L-GULONSÄURE-C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub>-ALKYLESTERN

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing 2-keto-L-gulonic acid-C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub> alkyl ester by esterifying 2-keto-L-gulonic acid (KGS) with an unsaturated, branched or unbranched C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub> alcohol. The inventive method is characterized by the fact that an aqueous KGS solution is reacted with a C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub> alcohol up to an esterification degree of 20 to 70 percent in a pre-esterification process carried out under acidic catalysis conditions; and the obtained product is dehydrogenated with an unsaturated, branched or unbranched C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub> alcohol in a continuous rectification device, whereby the esterification reaction continues, n-butanol preferably being used as the alkyl alcohol. In a preferred embodiment, the aqueous KGS solution is concentrated up to or beyond the limit of solubility prior to the esterification process, preferably by catalyzing a homogeneous or heterogeneous catalyst, especially sulfonic acid, at temperatures of 50 to 120 °C. In another embodiment, the produced KGS ester is reacted in one or several additional steps so as to obtain L-ascorbic acid.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 2-Keto-L-gulonsäure-C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub>-alkylester durch Veresterung von 2-Keto-L-gulonsäure (KGS) mit einem ungesättigten, verzweigten oder unverzweigten C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub>-Alkohol, dadurch gekennzeichnet, dass in einer Vorveresterung eine wässrige KGS-Lösung mit einem C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub>-Alkohol unter saurer Katalyse bis zu einem Veresterungsgrad von 20 % bis 70 % umgesetzt wird; und das Produkt in einem kontinuierlichen Rektifikationsapparat mit einem ungesättigten, verzweigten oder unverzweigten C<sub>4</sub>-C<sub>10</sub>-Alkohol entwässert wird wodurch die Veresterungsreaktion fortschreitet. Vorzugsweise ist der Alkylalkohol n-Butanol. In einer bevorzugten Ausführungsform wird die wässrige KGS-Lösung bis zur Löslichkeitsgrenze oder darüber hinaus vor der Veresterung aufkonzentriert, vorzugsweise unter Katalyse eines homogenen oder heterogenen Katalysators, insbesondere Schwefelsäure, und bei Temperaturen von 50 °C bis 120 °C. In einer weiteren Ausführungsform wird in einem oder mehreren weiteren Schritten der hergestellte KGS-Ester zu L-Ascorbinsäure umgesetzt.

WO 2004/043880 A3